บทที่ 3 การทดสอบหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมตัวเก็บพลังงานร่วมกับไททาเนียมไดออกไซด์

จากผลการทดลองที่ผ่านมา พบว่า วานาเดียมเพนทอกไซด์ (V_2O_5) มีแนวโน้มที่จะเป็นตัวเก็บพลังงานร่วมกับไททาเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์จากวิธีโซล-เจลได้ดี ดังนั้น การทดลองปรับอัตราส่วนโดยโมลของ $TiO_{2(syn)}$: V_2O_5 และอุณหภูมิในการเผา เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมตัวเก็บพลังงานร่วมกับไททาเนียมไดออกไซด์ โดยเน้นศึกษาคุณสมบัติในแง่ของอัตราเร็วเริ่มต้นในการเก็บประจุ(Initial charging rate) และค่าความจุของฟิล์ม (Film capacity) เพื่อที่จะสามารถพัฒนาเป็นตัวเก็บพลังงานได้

3.1 วิธีการทดลอง

ตอนที่ 1 การวิเคราะห์หาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมตัวเก็บพลังงานร่วมกับไททาเนียมไดออกไซด์

1) การเตรียมคอมโพสิทฟิล์มของ $TiO_{2(syn)}$-V_2O_5

ฟิล์ม $TiO_{2(syn)}$-V_2O_5 เตรียมจากการผสมโซลไททาเนียมซึ่งเตรียมได้จากวิธีเดียวกันกับในบทที่ 2 ตอนที่3 ข้อ 1) กับวานาเดียมเพนทอกไซด์ที่มีขายทางการค้า โดยปรับอัตราส่วนโดยโมลของ $TiO_{2(syn)}$: V_2O_5 เท่ากับ 10:0.1, 10:1 และ 10:5 จากนั้นสารผสมจะถูกเคลือบบนกระจก ITO ด้วยวิธี spin coating และนำฟิล์มที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 350, 450, 550, 600, 650°C

2) การวัดปริมาณอิเล็กตรอนสะสมในฟิล์ม

ความสามารถในการเก็บประจุของฟิล์ม จะศึกษาในแง่ของอัตราเร็วเริ่มต้นในการเก็บประจุ (Initial charging rate) และค่าความประจุของฟิล์ม (Film capacity) โดยใช้เทคนิคทางเคมีไฟฟ้า เพื่อจำลองสภาวะการรับอิเล็กตรอนของตัวเก็บพลังงานเมื่อ TiO_2 จ่ายอิเล็กตรอนในที่ที่มีแสงอัลตราไวโอเลต ดังนั้น การทดลองจึงใช้เครื่อง Potentiostat ควบคุมค่าศักย์ไฟฟ้าของฟิล์มเท่ากับ -0.4 V vs. Ag/AgCl ซึ่งเป็นศักย์ไฟฟ้าภายใต้สภาวะการรับแสงอัลตราไวโอเลต (Photopotential) ของ TiO_2 เป็นเวลาต่างๆ จากนั้นจะวัดปริมาณอิเล็กตรอนที่สะสมในฟิล์ม โดยควบคุมอัตราการปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกจากฟิล์มด้วยอัตรา 0.1 $\mu A/cm^2$ ในสภาวะที่ปลอดก๊าซออกซิเจน จับเวลาจนกระทั่งศักย์ไฟฟ้าของฟิล์มเท่ากับ -0.1 V vs. Ag/AgCl (Cut-off potential = -0.1 V vs. Ag/AgCl)

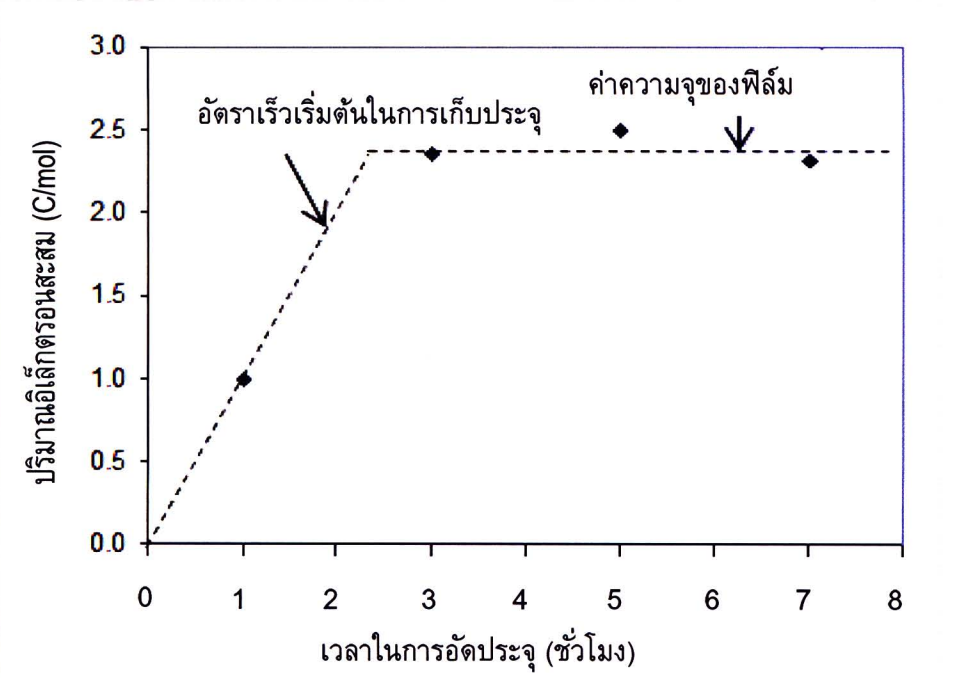
ตอนที่ 2 การวิเคราะห์ศักย์ไฟฟ้าภายใต้สภาวะที่มีแสงอัลตราไวโอเลต (Photopotential)

การวัดศักย์ไฟฟ้าภายใต้สภาวะที่มีแสงอัลตราไวโอเลต ทำโดยการประกอบฟิล์มที่เตรียมได้เข้ากับเซลไฟฟ้าเคมีมาตรฐาน 3 ขั้ว เช่นเดียวกับการทดลองในบทที่ 2 ตอนที่ 1 ข้อที่ 2) จากนั้นวัดค่าศักย์ไฟฟ้าของฟิล์มขณะที่มีการฉายแสงอัลตราไวโอเลต (λ = 365 nm) ที่ความเข้มแสง 5 mW/cm^2

3.2 ผลการทดลอง

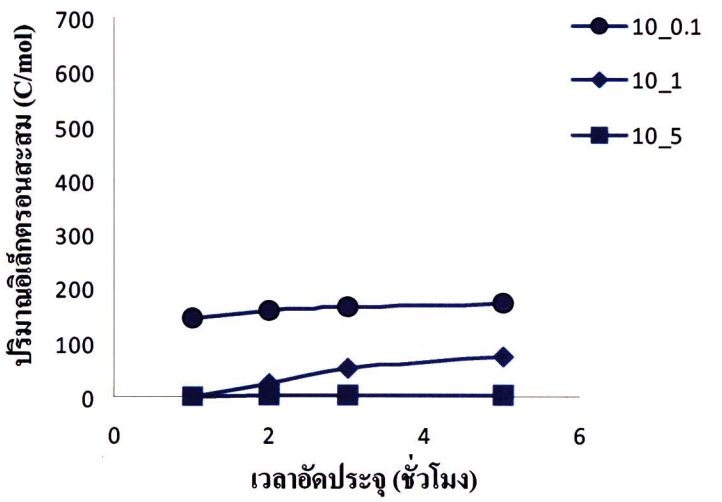
ตอนที่ 1 การวิเคราะห์หาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมตัวเก็บพลังงานร่วมกับไททาเนียมไดออกไซด์

ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณอิเล็กตรอนสะสมในฟิล์มกับเวลาในการอัดประจุ พบว่า เมื่อเวลาในการอัดประจุเพิ่มขึ้น ปริมาณอิเล็กตรอนสะสมในฟิล์ม จนกระทั่งปริมาณอิเล็กตรอนสะสมในฟิล์มไม่เปลี่ยนแปลงแม้เวลาในการอัดประจุเพิ่มขึ้น ณ จุดนี้ หมายถึง ฟิล์มถูกอัดประจุจนเต็ม ซึ่งค่าปริมาณอิเล็กตรอนที่สะสม ณ ที่นี้ เรียกว่า ค่าความจุของฟิล์ม ส่วนอัตราเร็วเริ่มต้นในการเก็บประจุจะหาได้จากการเปลี่ยนแปลงปริมาณอิเล็กตรอนสะสมต่อหน่วยเวลา (ดังรูปที่ 3.1)



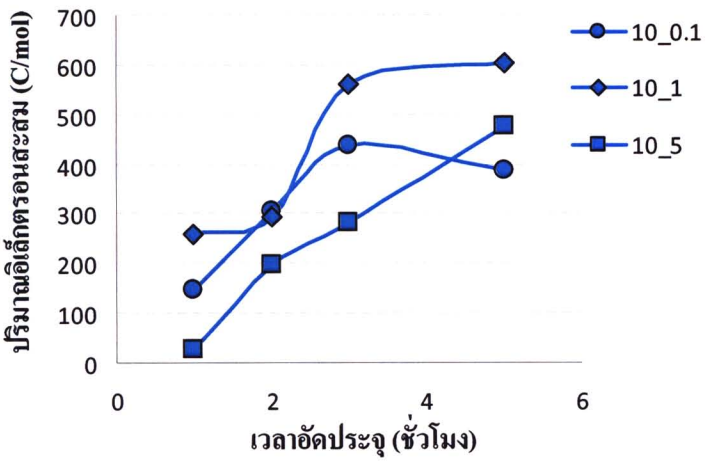
รูปที่ 3.1 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณอิเล็กตรอนที่สะสมภายในฟิล์มที่เวลาในการอัดประจุต่างๆ

ผลกระทบของอัตราส่วนโดยโมลของ $TiO_{2(syn)}$: V_2O_5 ที่อุณหภูมิในการเผาต่างๆ ต่อปริมาณอิเล็กตรอนสะสมในฟิล์ม ดังแสดงในรูปที่ 3.2-3.6



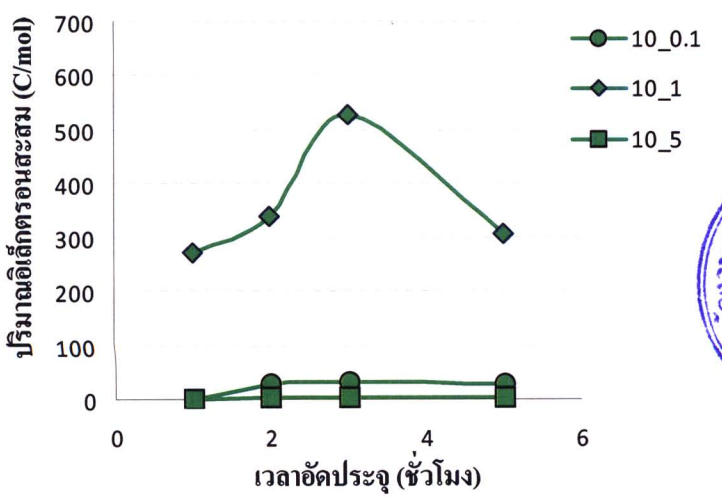
รูปที่ 3.2 ปริมาณอิเล็กตรอนสะสมภายในฟิล์มของ $TiO_{2(syn)}$- V_2O_5 เตรียมที่อุณหภูมิ 350°C

จากรูปที่ 3.2 พบว่า สำหรับฟิล์มที่เตรียมที่อุณหภูมิ 350 °C เมื่อปริมาณของตัวเก็บพลังงานในฟิล์ม $TiO_{2(syn)}$- V_2O_5 มีค่าเพิ่มขึ้น ปริมาณอิเล็กตรอนสะสมในฟิล์มมีค่าลดลง โดยปริมาณอิเล็กตรอนสะสมในฟิล์มที่อัตราส่วน 10:0.1> 10:1> 10:5 และค่าความจุของฟิล์มสูงที่สุดเท่ากับ 175 C/mol ในฟิล์มที่มีอัตราส่วน 10:0.1



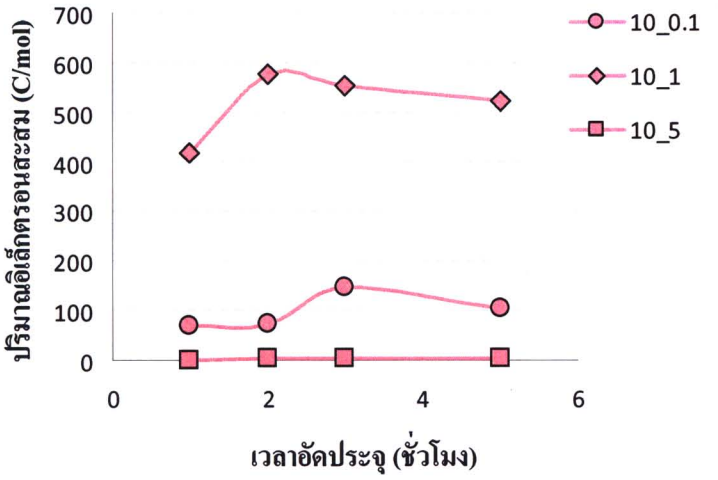
รูปที่ 3.3 ปริมาณอิเล็กตรอนสะสมภายในฟิล์มของ $TiO_{2(syn)}$- V_2O_5 เตรียมที่อุณหภูมิ 450°C

ในขณะที่ ฟิล์มที่เตรียมที่อุณหภูมิ 450 °C ปริมาณอิเล็กตรอนที่สะสมในฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อปริมาณตัวเก็บพลังงานเพิ่มขึ้น จนถึงอัตราส่วน 10:1 และเมื่อปริมาณตัวเก็บพลังงานมากเกินไป (อัตราส่วน 10:5) ปริมาณอิเล็กตรอนที่สะสมในฟิล์มมีค่าลดลง โดยปริมาณอิเล็กตรอนสะสมในฟิล์มที่อัตราส่วน 10: 1> 10:0.1> 10:5 และค่าความจุของฟิล์มสูงที่สุดเท่ากับ 602 C/mol ในฟิล์มที่มีอัตราส่วน 10:1



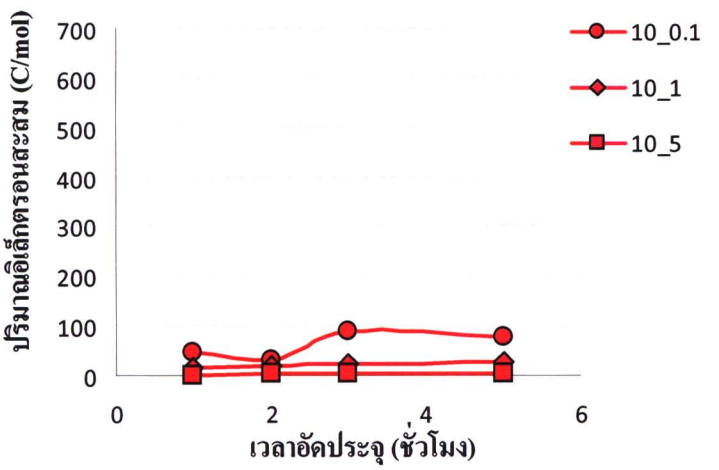
รูปที่ 3.4 ปริมาณอิเล็กตรอนสะสมภายในฟิล์มของ $TiO_{2(syn)}$- V_2O_5 เตรียมที่อุณหภูมิ 550°C

สำหรับฟิล์มที่เตรียมที่อุณหภูมิ 550 °C มีแนวโน้มเช่นเดียวกันกับฟิล์มเตรียมที่อุณหภูมิ 450 °C กล่าวคือ ปริมาณอิเล็กตรอนสะสมในฟิล์มที่อัตราส่วน 10: 1> 10:0.1> 10:5 และค่าความจุของฟิล์มสูงที่สุดเท่ากับ 526 C/mol ในฟิล์มที่มีอัตราส่วน 10:1



รูปที่ 3.5 ปริมาณอิเล็กตรอนสะสมภายในฟิล์มของ $TiO_{2(syn)}$- V_2O_5 เตรียมที่อุณหภูมิ 600°C

แนวโน้มเดียวกันนี้ พบใน ฟิล์มที่เตรียมที่อุณหภูมิ 600 °C เช่นกัน โดยปริมาณอิเล็กตรอนสะสมในฟิล์มที่อัตราส่วน 10: 1> 10:0.1> 10:5 และค่าความจุของฟิล์มสูงที่สุดเท่ากับ 576 C/mol ในฟิล์มที่มีอัตราส่วน 10:1

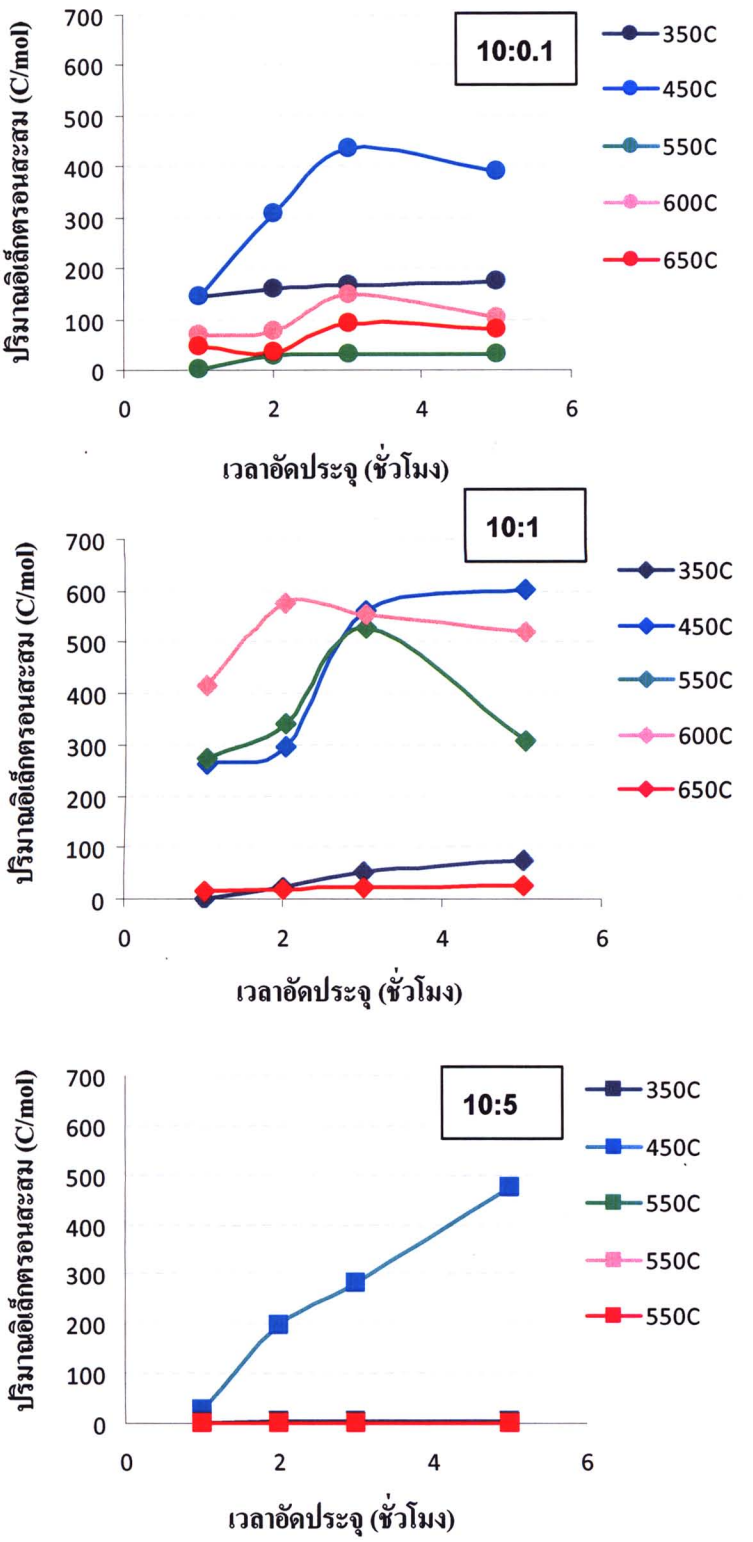


รูปที่ 3.6 ปริมาณอิเล็กตรอนสะสมภายในฟิล์มของ $TiO_{2(syn)}$- V_2O_5 เตรียมที่อุณหภูมิ 650°C

อย่างไรก็ตาม สำหรับฟิล์มที่เตรียมที่อุณหภูมิ 650°C จะพบแนวโน้มเช่นเดียวกันกับฟิล์มที่เตรียมที่อุณหภูมิ 350°C โดยค่าความจุของฟิล์มสูงที่สุดเท่ากับ 90 C/mol ในฟิล์มที่มีอัตราส่วน 10:0.1

จากผลการทดลองหาผลกระทบของปริมาณตัวเก็บพลังงานที่อุณหภูมิใดๆ พบว่า ปริมาณอิเล็กตรอนสะสมในฟิล์มไม่มีความสัมพันธ์ที่ชัดเจนกับปริมาณตัวเก็บพลังงาน นั่นอาจหมายถึง การ

เติมตัวเก็บพลังงานในปริมาณต่างๆ กันในไททาเนียมไดออกไซด์ อาจส่งผลต่อโครงสร้างของสารผสม จึงทำให้ความสามารถในการเก็บอิเล็กตรอนแตกต่างกัน ณ ที่อุณหภูมิการเตรียมหนึ่งๆ ดังนั้น การศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิ ที่มีต่อความสามารถในการเก็บอิเล็กตรอนจะศึกษาต่อไป



รูปที่ 3.7 ผลกระทบของอุณหภูมิที่มีต่อปริมาณอิเล็กตรอนสะสมภายในฟิล์มของ $TiO_{2(syn)}$- V_2O_5 ที่อัตราส่วนต่างๆ

การศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิที่มีต่อความสามารถในการเก็บอิเล็กตรอน ดังรูปที่ 3.7 จะเห็นว่าฟิล์มที่อัตราส่วน 10:0.1, 10:1 และ 10:5 จะมีความสามารถในการเก็บอิเล็กตรอนได้ดีที่สุดที่อุณหภูมิ 450, 600 และ 450°C ตามลำดับ

จากผลการทดลองข้างต้น พบว่าการเตรียมคอมโพสิทฟิล์ม $TiO_{2(syn)}$- V_2O_5 ที่อัตราส่วนต่างๆ จะมีอุณหภูมิที่เหมาะสม ที่แตกต่างกัน ดังสรุปได้ในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ความสามารถในการเก็บประจุของฟิล์ม $TiO_{2(syn)}$- V_2O_5 ที่เตรียมจากสภาวะต่างๆ

อัตราส่วน $TiO_{2(syn)}$: V_2O_5	อุณหภูมิที่เหมาะสม (°C)	อัตราเร็วเริ่มต้นในการเก็บประจุ (C/mol.h)	ค่าความจุของฟิล์ม (C/mol)
10:0.1	450	147	437
10:1	600	417	576
10:5	450	94	470

จากตารางที่ 3.1 จะเห็นว่าสภาวะในการเตรียมคอมโพสิทฟิล์ม $TiO_{2(syn)}$- V_2O_5 ที่เหมาะสมที่สุด คือ ที่อัตราส่วน $TiO_{2(syn)}$: V_2O_5 เท่ากับ 10:1 ซึ่งให้ค่าความจุของฟิล์มสูงสุดเท่ากับ 576 C/mol และมีอัตราเร็วเริ่มต้นในการเก็บประจุ 417 C/mol.h

อย่างไรก็ตาม การประยุกต์ใช้งานฟิล์ม $TiO_{2(syn)}$- V_2O_5 คือฟิล์มต้องสามารถเก็บพลังงานจากแสงอัลตราไวโอเลตในแสงแดด โดยไททาเนียมไดออกไซด์ต้องทำหน้าที่จ่ายอิเล็กตรอนให้กับวานาเดียมเพนทอกไซด์ ดังนั้น การทดลองวัดศักย์ไฟฟ้าภายใต้สภาวะที่มีแสงอัลตราไวโอเลต (Photopotential) จึงต้องศึกษาต่อไป

<u>ตอนที่ 2</u> การวิเคราะห์ศักย์ไฟฟ้าภายใต้สภาวะที่มีแสงอัลตราไวโอเลต (Photopotential)

การทดลองวิเคราะห์ศักย์ไฟฟ้าภายใต้สภาวะที่มีแสงอัลตราไวโอเลตของฟิล์ม $TiO_{2(syn)}$- V_2O_5 โดยในแต่ละอัตราส่วน จะเลือกสภาวะการเผาที่ให้ผลในแง่ความสามารถในการเก็บพลังงานสูงสุด ผลการวิเคราะห์ดังแสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 ศักย์ไฟฟ้าภายใต้สภาวะที่มีแสงอัลตราไวโอเลต $TiO_{2(syn)}$- V_2O_5 ที่เตรียมจากสภาวะต่างๆ

อัตราส่วน $TiO_{2(syn)}$: V_2O_5	อุณหภูมิที่เหมาะสม (°C)	Photopotential V vs. Ag/AgCl
10:0.1	450	-0.102
10:1	600	-0.090
10:5	450	-0.030

จากตารางที่ 3.2 พบว่าฟิล์มที่อัตราส่วน 10:0.1 มีค่าศักย์ไฟฟ้าภายใต้สภาวะที่มีแสงอัลตราไวโอเลต เท่ากับ -0.102 V vs. Ag/AgCl ซึ่งมีค่าเป็นลบมากกว่าศักย์ไฟฟ้าในการเกิดสนิมของสเตนเลสสตีล 304 (-0.1 V vs. Ag/AgCl) ในสภาวะดังกล่าวฟิล์มที่อัตราส่วน 10:0.1 สามารถป้องกันสนิมได้เมื่ออยู่ภายใต้สภาวะที่มีแสง ในขณะที่ฟิล์มที่อัตราส่วนอื่นๆ มีศักย์ไฟฟ้าเป็นลบน้อยกว่าศักย์ไฟฟ้าในการเกิดสนิมของโลหะ ฟิล์มเหล่านี้จึงไม่สามารถป้องกันสนิม แม้จะอยู่ภายใต้การฉายแสงอัลตราไวโอเลต ยิ่งไปกว่านั้น โดยทั่วไปแล้วไททาเนียมไดออกไซด์จะมีศักย์ไฟฟ้าภายใต้สภาวะที่มีแสงอัลตราไวโอเลตประมาณ -0.4 V vs. Ag/AgCl อย่างไรก็ตาม ศักย์ไฟฟ้าภายใต้สภาวะที่มีแสงอัลตราไวโอเลตที่วิเคราะห์ได้ของฟิล์ม $TiO_{2(syn)}$- V_2O_5 ซึ่งมีไททาเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบ มีค่าเป็นบวกมากกว่าศักย์ไฟฟ้าของไททาเนียมไดออกไซด์ นั่นหมายถึง การผสมวานาเดียมเพนทอกไซด์ควบคู่กับไททาเนียมไดออกไซด์มิใช่เพียงเป็นการผสมเชิงกลเท่านั้น อาจเกิดการละลายของ V_2O_5 ในโครงสร้าง TiO_2 (Solid solution) จึงทำให้คุณสมบัติของไททาเนียมไดออกไซด์เปลี่ยนแปลงไป ซึ่งต้องทำการทดลองต่อไป

3.3 สรุปผลการทดลอง

การหาความสามารถในการเก็บประจุของฟิล์ม $TiO_{2(syn)}$- V_2O_5 พบว่า ปริมาณอิเล็กตรอนที่สะสมในฟิล์มไม่มีความสัมพันธ์ที่ชัดเจนกับปริมาณของตัวเก็บประจุ โดยอัตราส่วนโดยโมลของ $TiO_{2(syn)}$: V_2O_5 และอุณหภูมิในการเผา ส่งผลต่อความสามารถในการเก็บประจุ ซึ่งสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมตัวเก็บพลังงานที่ดี คือ อัตราส่วน $TiO_{2(syn)}$: V_2O_5 เท่ากับ 10:1 ซึ่งให้ค่าความจุของฟิล์มสูงสุดเท่ากับ 576 C/mol และมีอัตราเร็วเริ่มต้นในการเก็บประจุ 417 C/mol.h ยิ่งไปกว่านั้นการการผสม V_2O_5 เข้ากับ TiO_2 มิใช่เพียงเป็นการผสมเชิงกลเท่านั้น เนื่องจากศักย์ไฟฟ้าภายใต้สภาวะที่มีแสงอัลตราไวโอเลตของ TiO_2 ในคอมโพสิทเปลี่ยนแปลงไป นั่นอาจเป็นเพราะ V_2O_5 อาจเกิดละลายแทรกในโครงสร้าง TiO_2